

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ «Экология природопользования»

химический факультет

кафедра высокомолекулярных соединений

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДИСЦИПЛИНЫ

АНАЛИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Екатеринбург
2008

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ «Экология природопользования»

химический факультет

кафедра высокомолекулярных соединений

АНАЛИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Программа дисциплины

Руководитель ИОНЦ

доцент, к.б.н.

_____ Радченко Т.А.

«___» _____ 2008 г.

**Екатеринбург
2008**

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ИОНЦ
«Экология
природопользования»
_____/Радченко Т.А./
(подпись)

(дата)

Программа дисциплины «Анализ полимерных композиционных материалов» составлена в соответствии с требованиями регионального (вузовского) компонента к обязательному минимуму содержания и уровню подготовки:

бакалавра по специальности «Химия», 510500

по циклу «СД/ДС/ФТД/ДНМ/СДМ/НИРМ » государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования.

Специализация «Химия окружающей среды и химическая экспертиза», 011030

Семестр восьмой

Общая трудоемкость дисциплины 164, в том числе:

Лекций – 36

Лабораторные занятия - 60

Контрольные мероприятия:

Рефераты - 7

Коллоквиумы - 8

Контрольные работы - 3

Авторы:

Лирова Белла Ивановна, к.х.н., доцент, кафедра высокомолекулярных соединений, УрГУ;

Русинова Елена Витальевна, д.х.н., доцент, кафедра высокомолекулярных соединений, УрГУ.

Рекомендовано к печати протоколом заседания

Экспертно-конкурсной комиссии ИОНЦ

«Экология природопользования»

от _____ № _____.

(дата)

Согласовано:

Зав. кафедрой высокомолекулярных соединений

_____/Вшивков С.А./
(подпись)

«_____» _____ 2008г.

© Уральский государственный университет

© Лирова Б.И., Русинова Е.В., 2008 г.

I. Введение

Необходимость идентификации полимеров возникла практически одновременно с появлением промышленной полимерной химии. В настоящее время в связи с широким применением полимерных композиционных материалов (ПКМ) в различных областях народного хозяйства и в быту систематически приходится анализировать полимерные продукты в зависимости от их целевого назначения. Число методов и их различных модификаций, которые можно использовать для решения различных аналитических задач, в настоящее время достигает нескольких десятков. Для идентификации полимеров и полимерной основы композиций используются простые методы, основанные на физико-химических и физико-механических свойствах полимеров, химические методы и инструментальные. Наибольшее распространение из инструментальных методов получили ИК спектроскопия, пиролитическая газовая хроматография, ЯМР спектроскопия. Применяются газовая, тонкослойная, гелепроникающая хроматография, хромато-масс-спектрометрия, пиролитическая масс-спектрометрия, термический анализ, а также разнообразные комбинации этих и других методов. Инструментальные методы позволяют значительно сократить время анализа и снизить предел обнаружения ряда анализируемых компонентов. Понятно, что рассмотреть все существующие методы в одном пособии не представляется возможным. Поэтому наибольшее внимание уделено методам, которые являются сейчас наиболее массовыми и стандартными. Подробно также обсужден метод ИК спектроскопии, значительные успехи которого в идентификации ПКМ связаны с появлением приборов нового типа - ИК-Фурье спектрометров и разработкой нового поколения различных приставок к ним для неразрушающего контроля и анализа полимеров и ПКМ.

Современный специалист в области полимерных материалов должен обладать не только определенным комплексом и уровнем специальных знаний, но и определенным уровнем экологического мировоззрения и мышления. Это связано с тем, что использование человеком ПКМ

(пластмасс, резин), являющихся многокомпонентными системами, осложнено процессом выделения из них вредных низкомолекулярных веществ, которые могут привести к загрязнению воздуха, воды, пищевых продуктов, и, следовательно, представляют потенциальную опасность для здоровья человека и окружающей среды. Кроме того, использование ПКМ сдерживается из-за их горючести. В связи с этим необходимы мероприятия, обеспечивающие безопасное для здоровья производство и применение ПКМ. Идеальным решением вопроса экологической безопасности применения полимерных материалов является запрещение использования при их синтезе токсичных ингредиентов, что, однако, по разным причинам чаще всего невозможно. В большинстве же случаев следует провести необходимые качественные и количественные анализы токсичных ингредиентов полимерных композиций, оценить их экологическую опасность. Поэтому в учебное пособие включены разделы, посвященные анализу низкомолекулярных ингредиентов, содержащихся в полимерах, пожароопасным свойствам ПКМ и способам снижения их горючести, анализу летучих токсичных продуктов горения полимеров и ПКМ. Эти разделы представляют интерес с точки зрения оценки экологической безопасности полимеров в условиях эксплуатации и в экстремальных условиях (при горении).

Настоящий курс является частью инновационной программы «Экология природопользования»; он направлен на повышение качества подготовки студентов бакалавров и магистров в сфере производства, анализа и применения полимерных композиционных материалов, а также на формирование современного подхода к вопросам безопасной эксплуатации полимерных композиций различного назначения. Курс рассчитан на студентов, специализирующихся в области охраны окружающей среды, имеющих базовое химическое, биологическое и физическое образование. Он может быть рекомендован для повышения квалификации сотрудников

аналитических и центрально-заводских лабораторий предприятий, производящих полимерные материалы.

1. Цель курса состоит в том, чтобы дать систематизированные основы научных представлений по вопросам химического и физико-химического анализа полимерных материалов и их низкомолекулярных компонентов; раскрыть состояние и перспективы развития в области инструментального анализа ПКМ; сконцентрировать внимание обучающихся на сложных и узловых вопросах рассматриваемых проблем.

2. Задачами курса являются: изложение основ систематического физико-химического анализа полимерных объектов с учетом их специфики; формирование умений и навыков работы в современной аналитической лаборатории; введение студентов в основы санитарно-токсикологического анализа веществ, выделяющихся в окружающую среду при синтезе, переработке и эксплуатации полимерных материалов.

3. Плодотворное изучение курса предполагает знание основных положений общих курсов «Аналитическая химия», «Высокомолекулярные соединения», «Физические методы исследования» и спецкурсов «Методы исследования полимеров». Предлагаемый материал можно рекомендовать в качестве компонента курсов повышения квалификации для специалистов, связанных с производством и использованием полимерных материалов.

4. В результате изучения дисциплины у студентов и слушателей должны сформироваться навыки, позволяющие грамотно и оптимально решать аналитические задачи, возникающие в процессах синтеза и переработки ПКМ. Знания, полученные при обучении, позволят адекватно анализировать и оценивать собственную производственную деятельность относительно ее воздействия на природную среду и принимать обоснованные решения.

5. Данный курс является авторским, разработанным для подготовки специалистов в области химической экспертизы и охраны окружающей среды. В отличие от известных авторам пособий, в настоящем варианте впервые объединены разделы, посвященные классическому химическому

качественному и количественному анализу мономеров и полимеров, главы по ИК спектроскопическому анализу и разделы, в которых рассмотрены подходы к оценке токсичности составляющих ПКМ.

II. Содержание курса

1. Темы и разделы курса, их краткое содержание.

1. ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ

Внешний вид и физические свойства полимеров. Механические испытания полимеров

Идентификация эластомеров, термопластов, реактопластов по результатам механических испытаний и испытаний образцов на нагрев.

Определение плотности

Методы определения плотности жидких и твердых полимеров. Идентификация полимеров по результатам исследования его плотности относительно воды и водного раствора тиосульфата натрия.

Поведение полимеров при внесении в пламя

Определение полимера по воздействию пламени и высокой температуры. Процессы, происходящие при сжигании полимера. Подготовка образцов и выполнение анализа.

Исследование растворимости полимеров

Особенности растворения полимеров по сравнению с низкомолекулярными веществами. Характеристика органических растворителей, применяемых для выделения полимера из материалов. Схема идентификации полимеров по растворимости.

Качественные реакции элементов

Способы проведения предварительной минерализации образца: сжигание в колбе с кислородом, пиролиз, восстановительное разложение с металлическим натрием, сплавление с натрием или калием. Недостатки и преимущества каждого метода.

Определение азота по реакции с солями железа.

Определение галогенов (хлора, брома, иода). Проведение пробы Бейльштейна. Перевод органически связанного галогена в свободный галоген.

Определение серы по реакциям с ацетатом свинца и нитропруссидом натрия.

Определение фосфора по реакциям с молибдатом аммония и магниезильной смесью.

Качественные реакции полимеров

Реакция с раствором фуксина. Реакция Либермана–Шторха–Моравского. Подготовка образца и проведение анализа.

2. СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЛИМЕРОВ ПО АНАЛИТИЧЕСКИМ ГРУППАМ

Понятие об аналитических группах полимеров.

Водорастворимые полимеры

Строение наиболее распространенных водорастворимых полимеров, получение и свойства. Схема анализа. Качественные реакции полиакриламида, сополимеров метакриламида и метакриловой кислоты (реакция Мано), поливинилового спирта и производных целлюлозы.

Галогенсодержащие полимеры

Получение, свойства и строение наиболее распространенных галогенсодержащих полимеров. Схема анализа. Качественные реакции: реакции с хлоруксусными кислотами и морфолином. Аммиачный метод количественного определения галогенов.

Азотсодержащие полимеры

Общая характеристика азотсодержащих полимеров. Схема анализа.

Строение, получение и свойства полиамидов. Определение общего содержания формальдегида.

Строение, получение и свойства полиимидов и полиуретанов.

Химический анализ полиакрилонитрила и его сополимеров. Проба Берчфильда. Проба Вебера.

Анализ нитроцеллюлозы. Растворимость нитроцеллюлозы в органических растворителях.

Полимеры на основе фенолов

Получение, свойства и строение полимеров, в продуктах деструкции которых находится фенол. Схема анализа. Качественные реакции фенолоальдегидных и эпоксидных полимеров. Качественное определение полифениленоксидов, поликарбонатов и полисульфонов. Подготовка образцов полимеров и проведение анализа.

Полимеры, содержащие сложноэфирные группы

Общая характеристика полиэфиров. Схема анализа. Строение, получение и свойства полиэфиров. Обнаружение полиэфиров по определению кислот и гликолей. Анализ эфиров целлюлозы по поведению в пламени, пробой Либермана-Шторха-Моравского, реакцией с фуксином. Проведение реакций с иодом и с серной кислотой.

Полимеры на основе простых эфиров

Общая характеристика простых полиэфиров. Качественные реакции полиформальдегида, сополимеров триоксана или формальдегида, поливинилацеталей, Определение простых эфиров целлюлозы, полиэтиленоксида и пентона. Общая схема анализа.

Полимеры на основе углеводов

Общая характеристика полимеров и схема анализа. Получение и свойства полиэтилена, полипропилена, сополимеров этилена с пропиленом и полиизобутилена.

3. АНАЛИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИК СПЕКТРОСКОПИИ

Основы ИК спектроскопии

Роль современных физических и физико-химических методов в анализе полимерных композиционных материалов (ПКМ), их полимерной основы и целевых компонентов. Особенности анализа ПКМ. Роль метода ИК спектроскопии в аналитической химии полимеров. Природа и условия получения колебательных спектров. Ближняя, средняя и дальняя ИК область. Представление спектральных кривых в ИК области.

Закон Ламберта–Бера–Бугера. Основные характеристики полос поглощения. Анализ и интерпретация спектров. Групповые или характеристические частоты. Ограничения концепции характеристических частот. Классификация колебаний по форме: валентные и деформационные колебания. Идентификация соединений и качественный анализ смесей. Особенности колебательной спектроскопии высокомолекулярных соединений по сравнению с низкомолекулярными соединениями.

Приборы и экспериментальная техника

Принципы устройства и действия ИК спектрометров. ИК спектрометры с последовательным сканированием спектра. Оптическая схема и принцип работы; основные части спектрометра и их назначение. Однолучевые и двухлучевые диспергирующие ИК спектрометры.

ИК спектрометры с Фурье преобразованием. Типы интерферометров. Оптические схемы Фурье спектрометра (по принципу Майкельсона). Регистрация интерферограммы и ее преобразование в спектр поглощения.

Преимущества и достоинства Фурье спектроскопии. Применение и возможности ИК-Фурье спектроскопии для анализа полимерных композиционных материалов.

Методы неразрушающего контроля и анализа полимеров, полимерных композиционных материалов и их целевых ингредиентов

Спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО); ее физические основы. Приставки НПВО и МНПВО (многократного НПВО); их назначение. Оптические материалы, используемые для изготовления приставок, и требования к ним. Типы оптических элементов НПВО.

Количественный анализ в спектроскопии НПВО. Достоинства и возможности метода НПВО при анализе полимерных материалов, их полимерной основы и компонентов.

Спектры диффузного отражения порошкообразных полимерных образцов. Сущность метода диффузного отражения. Устройство приставок диффузного отражения.

Расширение функциональных возможностей ИК-Фурье спектроскопии

Внешние устройства к ИК-Фурье спектрометрам для реализации сложных аналитических методик (микроскопы, дополнительные кюветные отделения) и устройства сопряжения с различными аналитическими приборами (Раман-спектрометрами, хроматографами, термоанализаторами).

Подготовка образцов полимеров, полимерных композиционных материалов и их компонентов.

Выбор методики пробоподготовки образца. Особенности съемки ИК спектров жидких образцов. Способы подготовки твердых образцов. Прессование таблеток с KBr, приготовление суспензий в вазелиновом масле или других иммерсионных средах. Пленки растворимых полимеров, получаемые из растворов методом полива; требования к растворителям, используемые подложки. Контроль наличия растворителя в пленке. Пленки расплавов, получаемые методом прессования. Выбор условий прессования.

4. АНАЛИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПО ПРОДУКТАМ ИХ РАЗЛОЖЕНИЯ

Идентификация полимеров и полимерных композиционных материалов по продуктам их термического разложения и методы анализа. Факторы, влияющие на состав продуктов термической и термоокислительной деструкции полимерных материалов.

Возможности метода пиролитической газовой хроматографии для анализа полимеров и полимерных материалов, ее аппаратное оформление. Типы

пиролизеров, их достоинства и недостатки. Роль стандартизации условий эксперимента и выбора образца для анализа при пиролизе.

Анализ полимерных материалов по продуктам пиролитического разложения методом ИК спектроскопии. Методические особенности пробоподготовки продуктов термического разложения полимерных образцов для получения ИК спектров.

Интеграция современных методов и методик изучения продуктов деструкции полимеров и полимерных материалов.

5. ИДЕНТИФИКАЦИЯ СОПОЛИМЕРОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ СОСТАВА

Задачи и методы анализа статистических, блок-сополимеров и привитых сополимеров.

Анализ сополимеров по функциональным группам; определение COOH групп в сополимерах акриловой кислоты и OSCOCH_3 групп в сополимерах винилацетата. Элементный анализ. Определение состава сополимера этилена с винилацетатом по содержанию кислорода в полимере.

Особенности анализа сополимеров методом ИК спектроскопии. Зависимость спектральных параметров полос поглощения сополимера от окружения мономера, возможности образования Н-связей и диполь-дипольного взаимодействия функциональных групп сополимеров, от способности к кристаллизации Выбор аналитических полос поглощения для анализа сополимеров.

Методологические подходы к количественному анализу сополимеров. Методы определения молярного коэффициента поглощения для количественного анализа. Методы и приемы получения стандартных образцов сополимеров. Анализ растворов сополимеров по абсолютной градуировке. Метод отношения оптических плотностей полос поглощения сомономеров.

Определение состава сополимеров различных классов. Сополимеры этилена и пропилена. Определение CH_3 групп для оценки разветвленности полиэтилена; оценка по ИК спектрам содержания ненасыщенных $\text{C}=\text{C}$ связей различного типа. ИК спектроскопическое определение микротаكتичности полипропилена. Различие ИК спектров изотактического и атактического полипропилена. Использование особенностей спектров гомополимеров (полиэтилена и полипропилена) для определения состава сополимера этилена и пропилена. Анализ по ИК спектрам состава сополимера этилена с винилацетатом. Спектроскопические методики анализа состава сополимеров стирола и акрилонитрила, стирола и бутадиена и АВС пластиков. Оценка содержания винилацетата в сополимерах винилацетата с винилхлоридом и виниловым спиртом по интенсивности полос поглощения валентных колебаний карбонильной группы.

6. АНАЛИЗ РЕЗИН

Основные ингредиенты резины. Особенности анализа резин, обусловленные наличием химических связей между макромолекулами. Классификация каучуков: карбоцепные, силоксановые, фторкаучуки, их химическое строение и свойства.

Анализ резин на основе каучуков карбоцепного строения.

Подготовка образца к анализу. Способы проведения экстракции и растворители, применяемые для экстракции. Схема анализа. Определение типа каучука по результатам реакции продуктов пиролиза резины с индикаторным раствором.

Анализ резин на основе фтор- и фторсилоксановых каучуков

Подготовка образца к анализу. Количественное определение углерода, водорода, фтора и хлора в одной навеске. Определение содержания азота в резинах на основе фторкаучуков модифицированным методом Дюма-Прегля. Количественное определение сажи в резинах пиролитическим методом.

7. АНАЛИЗ ЦЕЛЕВЫХ КОМПОНЕНТОВ И ПРИМЕСЕЙ В ПОЛИМЕРНОМ КОМПОЗИЦИОННОМ МАТЕРИАЛЕ

Сложность идентификации полимерных композиционных материалов, целевых компонентов (ингредиентов) и примесей. Необходимость введения в ПКМ различных ингредиентов, их характеристики и роль в технологическом процессе производства и в регулировании эксплуатационных свойств полимерного материала. Пластификаторы, стабилизаторы различного назначения (антиоксиданты, светостабилизаторы, антирады), поверхностно-активные вещества (катионные, анионные и неионогенные ПАВ), антипирены органической и неорганической природы, наполнители (активные и неактивные) органической и неорганической природы; их химическая структура и свойства. Ингредиенты резиновой смеси и их назначение.

Роль компонентов пластмасс и резин в обеспечении *экологической надежности* полимерных материалов в процессе их производства и эксплуатации.

Выделение химических добавок из ПКМ.

Методологические подходы к анализу компонентов и примесей в полимерном материале. *Прямой анализ* полимера и его раствора. *Предварительное отделение компонентов* от полимерной части образца. Выбор метода и условий выделения низкомолекулярных ингредиентов из ПКМ.

Выделение органических добавок и наполнителей *методом экстракции* органическим растворителем. Подбор экстрагента; факторы, влияющие на скорость экстракции. *Последовательное выделение* добавок различными растворителями. Разделение выделенных низкомолекулярных веществ и примесей методом жидкостной хроматографии. Особенности анализа многослойных композиций.

Выделение добавок *методом растворения и переосаждения* полимерного образца для отделения от оставшихся в растворе компонентов. Особенности

анализа полимерных композиционных материалов, содержащих технический углерод.

Методы выделения и анализа неорганических наполнителей и добавок.

Роль органического и функционального анализа в идентификации выделенных из ПКМ веществ. Идентификация выделенных ингредиентов методами УФ, ИК и ЯМР спектроскопии, масс-спектрометрии, газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Роль метода ИК спектроскопии в анализе вредных низкомолекулярных компонентов органической и неорганической природы, мигрирующих из ПКМ. Определение качественного и количественного состава выделяющихся веществ, изучение кинетики процесса выделения добавок и расчет на основании спектроскопических данных *коэффициентов диффузии* мигрантов.

Методы определения ингредиентов в полимерном материале

Анализ содержания пластификатора.

Методы ИК и УФ спектроскопии и метод НПВО с использованием ИК-Фурье спектроскопии для анализа пластификатора в ПКМ без отделения полимерной основы. Использование растворов полимеров для прямого анализа пластификаторов. Выбор аналитических полос поглощения в пластификаторах различного химического строения (сложных эфирах, фосфатах) для их количественного определения в ПКМ спектральными методами. Достоинства и недостатки газожидкостной и гельпроникающей хроматографии при прямом анализе пластификаторов.

Определение пластификаторов в экстрактах полимеров. Анализ экстрактов спектроскопическими методами (ИК и УФ), методами тонкослойной и гельпроникающей хроматографии.

Определение содержания и типа наполнителя.

Недеструктивные методы анализа наполнителей. Прямой анализ пленочных полимерных материалов методом сканирующей ИК спектроскопии и методом НПВО с использованием ИК-Фурье

спектроскопии. Выбор аналитических полос поглощения в ИК спектрах мела, диоксида кремния и титана, талька для количественного определения наполнителя в ПКМ.

Деструктивные методы анализа наполнителей. Предварительное озоление образца полимерного материала и гравиметрическое определение зольности. Эмиссионный анализ золы. Идентификация наполнителей методом термогравиметрии.

Определение остаточных количеств инициаторов и катализаторов синтеза и ингибиторов старения в полимерах.

Методы анализа остаточного мономера в полимерном материале.

Газохроматографический метод анализа остаточных мономеров из растворов полимеров. Преимущества парофазного варианта анализа. Анализ равновесной газовой фазы при определении остаточного мономера в пленочных упаковочных материалах. Растворный метод парофазного анализа для гранулированных образцов полимеров; требования к растворителю.

8. АНАЛИЗ ЛЕТУЧИХ ТОКСИЧНЫХ ПРОДУКТОВ ГОРЕНИЯ ПОЛИМЕРОВ И ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.

Характеристика полимерных материалов, как горючих веществ. Понятие о температурах воспламенения и самовоспламенения полимеров. Нижний концентрационный предел распространения пламени (НКПР), как одна из определяющих величин огнестойкости полимера. Значения НКПР для наиболее распространенных полимеров.

Способы снижения горючести полимерных материалов: огнезащита с использованием устойчивых к пламени материалов, введение наполнителей, введение замедлителей горения или антипиреирующих составов, модификация полимерных материалов.

Методы изучения токсичности газов, являющихся продуктами полного и неполного сгорания полимеров. Понятие о коэффициентах токсичности различных полимеров и материалов.

Результаты санитарно-химических исследований продуктов термического разложения при горении фенолформальдегидных смол и фторопластов.

2. Темы лабораторных занятий.

1. Качественный анализ полимеров по поведению их в пламени, плотности и растворимости.
2. Количественный анализ производных целлюлозы (расчет содержания ацетатных групп).
3. Количественный анализ сополимера этилена с винилацетатом.
4. Определение эпоксидного числа образца эпоксидной смолы.
5. Анализ ацетонового и спиртового экстрактов образцов резин на основе нитрильных каучуков.
6. Расчет степени сшивки резин по данным о набухании их в различных органических веществах.
7. Определение химического строения компонентов полимерных композиций методом ИК спектроскопии.
8. Определение химической природы полимерной основы композиционного полимерного материала методом ИК спектроскопии.
9. Определение химического строения выделяющихся из полимерных композиций низкомолекулярных веществ методом ИК спектроскопии и расчет коэффициента диффузии мигрантов.

3. Темы семинарских занятий.

1. Способы проведения предварительных исследований полимеров и материалов на их основе.
2. Анализ полимеров по семи аналитическим группам.
3. Резины, как объект для физико-химического анализа. Схемы анализа резине на основе каучуков различного химического строения.
4. Методы анализа низкомолекулярных веществ, выделяющихся при горении полимеров. Классификация антипиренов, механизм их действия.

4. Темы рефератов.

1. Этапы предварительных испытаний пластмасс и резин, применение современных технологий исследования.
2. Характеристика полимеров по аналитическим группам и схемы анализа каждой из групп.
3. Количественный анализ основных ингредиентов резин на основе каучуков карбоцепного строения.
4. Химический анализ продуктов неполного горения полимеров.
5. Современные антипирюющие составы – преимущества и недостатки их введения в полимерные материалы.
6. ИК-Фурье спектроскопия, физические основы и возможности метода в анализе полимерных композиционных материалов.
7. Неразрушающие методы контроля и анализа полимерных композиционных материалов и их ингредиентов.

5. Примерный перечень контрольных вопросов и заданий для самостоятельной работы.

1. Особенности качественного и количественного химического анализа полимеров.
2. С какой целью проводят предварительные исследования полимеров? Перечислите варианты предварительного анализа полимеров и материалов на их основе.
3. Наличие каких химических элементов определяют на предварительном этапе анализа полимеров?
4. Назовите и объясните основные качественные реакции полимеров, используемые в систематическом анализе.
5. Какими способами проводят минерализацию полимерного образца?
6. На чем основана классификация полимеров по аналитическим группам? Перечислите эти группы и назовите основные полимеры в каждой их них.

7. Для каких исследований используется концепция групповых или характеристических частот? Какие факторы влияют на характеристические частоты в ИК спектрах?
8. Возможности метода ИК спектроскопии для идентификации полимеров и ПКМ.
9. Основные типы ИК спектрометров, их устройство принцип работы
10. Принцип работы ИК-Фурье спектрометров. Основные типы интерферометров.
11. Спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО). Количественный анализ в ИК спектроскопии НПВО.
12. Каковы возможности метода НПВО при исследовании полимеров и полимерных систем?
13. Какие методы используются для анализа продуктов термического разложения полимеров и ПКМ?
14. Методы идентификации сополимеров и определения их состава.
15. Особенности анализа состава сополимеров методом ИК спектроскопии.
16. Спектроскопические методы определения состава сополимеров стирола и акрилонитрила, стирола и бутадиена и АВС пластиков.
17. Анализ по ИК спектрам содержания винилацетата в сополимерах этилена с винилацетатом, винилацетата с винилхлоридом и виниловым спиртом.
18. Перечислите основные ингредиенты резины. Какие существуют особенности анализа резин, чем они обусловлены?
19. Объясните схему анализа резин на основе каучуков карбоцепного строения.
20. Какими способами проводят экстракцию резин? Обоснуйте выбор растворителя для экстракции того, или иного типа резины.
21. Приведите схему анализа резин на основе фторкаучуков. В чем ее отличие от таковой для каучуков карбоцепного строения?

22. Какие методы идентификации компонентов используются при их прямом анализе в ПКМ?

23. Методы выделения полимерной основы, органических добавок и наполнителей и методы идентификации выделенных из ПКМ компонентов.

24. Какими методами можно определить химическую природу индивидуальных веществ, выделяющихся из ПМ?

25. Какие методы используются для анализа пластификаторов в ПКМ? Их достоинства и недостатки.

26. Деструктивные и недеструктивные методы анализа наполнителей полимерных композиционных материалов.

27. Методы анализа остаточного мономера в полимерном материале.

28. Почему полимеры являются горючими веществами?

29. Приведите классификацию полимеров по горючести.

30. Какие температуры необходимо определять при оценке огнестойкости полимеров?

31. Объясните, что называют нижним концентрационным пределом распространения пламени. От чего зависит величина НКПР?

32. Какими параметрами характеризуют токсичность продуктов горения полимеров? Как их определяют?

6. Примерный перечень вопросов к экзамену.

1. Дайте характеристику полимерам, как объектам количественного и качественного химического анализа. Чем обусловлена специфика анализа полимеров?

2. Перечислите основные этапы предварительных исследований полимеров. Какие физические свойства полимеров необходимо определить перед проведением химического анализа?

3. Каким образом определяют плотности жидких и твердых полимеров? Как проводят идентификацию полимеров по величинам их плотности?

4. Как проводят идентификацию полимеров по растворимости в органических жидкостях? Сформулируйте основные требования к растворителям.
5. Способы проведения минерализации полимера.
6. Какие химические элементы определяют после минерализации полимера? Какие химические реакции лежат в основе этих определений?
7. Приведите схемы качественного анализа полимеров с использованием реакций Либермана-Шторха-Моравского и Бейльштейна.
8. Перечислите семь аналитических групп полимеров. На чем основано разделение по данным группам?
9. Приведите схемы анализа для водорастворимых и галогенсодержащих полимеров.
10. Опишите последовательность анализа азотсодержащих полимеров, полимеров на основе фенола, простых и сложных полиэфиров.
11. В чем состоят особенности химического анализа полимеров на основе углеводов? Приведите соответствующую схему анализа.
12. Особенности анализа полимерных композиционных материалов (ПКМ). Значение физических и физико-химических методов в анализе ПКМ, их полимерной основы и целевых компонентов.
13. Блок-схема и принцип работы сканирующего ИК спектрометра. Основные части спектрометра и их назначение.
14. Принцип действия и оптическая схема ИК спектрометров с Фурье преобразованием. Типы интерферометров. Регистрация интерферограммы и ее преобразование в спектр поглощения.
15. Физические основы спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО). Количественный анализ в ИК спектроскопии НПВО.
16. Метод диффузного отражения в ИК спектроскопии. Устройство приставок диффузного отражения. Спектры диффузного отражения порошкообразных полимерных образцов.

17. Методы неразрушающего контроля и анализа ПКМ в ИК-Фурье спектроскопии; их сущность и функциональные возможности.

18. Методы анализа полимерных материалов по продуктам термического разложения, их сущность и возможности.

19. Методы идентификации сополимеров и определения их состава.

20. Химический анализ сополимеров по функциональным группам; требования к анализу. Определение «кислотного», «ацетильного» и «гидроксильных» чисел в полимерном образце.

21. Методологические подходы к количественному анализу сополимеров методом ИК спектроскопии. Выбор аналитических полос поглощения для анализа сополимеров.

22. Идентификация и определение состава сополимеров различных классов методом ИК спектроскопии. Роль гомополимеров в определении состава сополимеров (на примере полиэтилена и полипропилена)

23. Спектроскопические методы анализа состава сополимеров стирола и акрилонитрила, стирола и бутадиена и АВС пластиков.

24. Классификация резин.

25. Опишите способы подготовки резин к качественному или количественному химическому анализу. Чем вызвана необходимость предварительных этапов анализа резин?

26. Какие основные ингредиенты входят в состав резин на основе каучуков карбоцепного строения? Как проводят анализ карбоцепных каучуков?

27. Опишите способы проведения экстракции резин. Какие жидкости используют для экстракции?

28. Особенности анализа резине на основе фторсодержащих каучуков. Приведите схему анализа.

29. Методологические подходы к анализу компонентов в ПКМ Прямой анализ. Предварительное отделение компонентов от полимерной основы. Идентификация выделенных из ПКМ компонентов.

30. Методы выделения органических и неорганических добавок и наполнителей из ПКМ. Выбор метода и условий выделения низкомолекулярных ингредиентов.

31. ИК спектроскопический метод анализа выделяющихся из ПКМ низкомолекулярных веществ; его достоинства и возможности в оценке экологической надежности ПКМ.

32. Методы анализа пластификаторов в ПКМ. Прямой анализ и определение пластификаторов в экстрактах полимеров. Достоинства и недостатки используемых методов.

33. Деструктивные и недеструктивные методы анализа наполнителей полимерных композиционных материалов.

34. Дайте характеристику полимерам, как горючим веществам. Какие способы классификации полимеров по горючести Вам известны?

35. Физический смысл температур воспламенения и самовоспламенения полимеров.

36. Какими способами можно понизить горючесть полимерных материалов?

37. Какие вещества могут являться антипиренами? Опишите механизм действия антипиренов.

38. Как оценивают токсичность продуктов неполного и полного горения полимеров?

III. Распределение часов курса по темам и видам работ

№ п./п	Наименование разделов и тем	Учебный план, часов			
		Аудиторные занятия		Самостоя- тельная работа	Итого по темам
		Лек- ции	Лабо- ратор- ные рабо- ты		
1	Предварительные исследования полимеров	2	8	6	16
2	Качественные реакции элементов, мономеров и полимеров	4	8	6	18
3	Систематический анализ полимеров по аналитическим группам	6	12	14	32
4	Анализ полимерных композиционных материалов методом ИК спектроскопии	6	4	8	18
5	Анализ полимерных материалов по продуктам их разложения	2	4	4	10
6	Идентификация сополимеров и определение их состава	4	4	6	14
7	Анализ резин	4	16	14	24
8	Анализ целевых компонентов и примесей в полимерном композиционном материале	6	4	8	18
9	Анализ летучих токсичных продуктов горения полимеров и полимерных материалов	2	-	2	4
	<i>Всего:</i>	36	60	68	164

IV. Форма итогового контроля

Зачет

V. Учебно-методическое обеспечение курса

1. Рекомендуемая литература:

ОСНОВНАЯ

1. Попова Г.С., Будтов В.П., Рябикова В.М., Худобина Г.В. Анализ полимеризационных пластмасс. Л.: Химия, 1988, -304с.
2. Суворова А.И., Лирова Б.И. Анализ полимеров. Анализ пластмасс. Методические указания. Екатеринбург, Издательство. Уральского университета, 2001, -36с.
3. Лирова Б.И., Суворова А.И. Проблемы экологии производства и применения полимерных материалов. Учебно-методический комплекс дисциплины. Екатеринбург, Издательство. Уральского университета, 2007, -69с.
4. Купцов А.Х., Жижин Г.Н. Фурье-КР и Фурье-ИК спектры полимеров. М., Физматлит, 2001, -657с.
5. Морозов А.Н., Светличный С.И. Основы Фурье-радиометрии. М.: Наука, 2006, -272с.
6. Отто М. Современные методы аналитической химии. М.: Техносфера, 2006, -416с.
7. Бенуэлл К. Основы молекулярной спектроскопии. М.: Мир, 1985, -384с.
8. Дехант Н., Данц Р., Киммер В., Шмольке Р. Инфракрасная спектроскопия полимеров. Химия, 1976, -471с.
9. Збинден Р. Инфракрасная спектроскопия высокополимеров. М.: Мир, 1966, -356с.
10. Инфракрасные спектры поглощения полимеров и вспомогательных веществ, под ред. В.М. Чулановского. М.: Мир, 1969, -356с.
11. Атлас спектров химических продуктов, под ред. В.А. Коптюга. Вып.2. Новосибирск: Изд. СО АН СССР, 1975, -378с.
12. Малышев А.И., Помогайло А.С. Анализ резин. М. Химия. 1977. 232 с.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

13. Аналитическая химия полимеров (в трех томах), под ред. Г. Клайна. М.:

- Химия, 1966.
14. Рабек Я. Экспериментальные методы в химии полимеров. Т.1, Т.2 М.: Мир, 1983, 382, -478с.
 15. Калинина Л.С., Маторина М.А., Никитина Н.И., Хачапуридзе Н.А. Анализ конденсационных полимеров. М.: Химия, 1984, -296с.
 16. Клещева М.С., Завьялов Ю.М., Коржова И.Т. Газохроматографический анализ в производстве полимеризационных пластмасс. Л.: Химия, 1973, -224с.
 17. Браун Д, Флloyd А., Сейнсбери. Спектроскопия органических веществ. М.: Мир, 1992, -300с.
 18. Справочник по физической химии полимеров. Т3. Семенович Г.М., Храмова Т.С. ИК и ЯМР спектроскопия полимеров. Киев. Наукова Думка, 1985, -589с.
 19. Бушев В.П. и др. Огнестойкость зданий. М.: Стройиздат. 1970. 258 с.
 20. Баренблатт Г.И. В кн.: Горение и взрыв. М.: Наука. 1972. с.15-23.
 21. ГОСТ 17088-71. Пластмассы. Методы определения горючести.
 22. Мортимер К. Теплоты реакций и прочность связей. М.: Мир.1964. 287 с.
 23. Кодолов В.И. Горючесть и огнестойкость полимерных материалов. М.: Химия. 1976. 160 с.
 24. Драйздел Д. Введение в динамику пожаров / Пер. с англ. К.Г. Бомштейн.-М.:Стройиздат,1990.- 424 с.
 25. Расчет основных показателей пожаровзрывоопасности веществ и материалов: Руководство.-М.:ВНИИПО.2002.-77с.
 26. Кодолов В.И. Замедлители горения полимерных материалов. М.: Химия. 1980. 274 с.

VI. Ресурсное обеспечение.

1. Лаборатория инфракрасной спектроскопии. Лаборатория исследования физико-химических свойств полимеров.
2. Приборная база, лабораторное оборудование, материалы.

Инфракрасный спектрометр Specord-75-IR, приставка НПВО к ИК-спектрометру; термовакуумная камера, разработанная на кафедре высокомолекулярных соединений, для изучения кинетики процесса миграции низкомолекулярных веществ, выделяющихся из полимерных материалов, и определения химической природы мигрантов методом ИК спектроскопии; кюветы разборные и неразборные для съемки спектров твердых веществ, жидкостей и растворов; кюветы для съемки ИК спектров газов; прокладки для обеспечения различной толщины снимаемых ИК спектров исследуемых веществ; держатели для кювет; агатовая ступка с пестиком для получения ИК спектров твердых веществ; пресс-формы для получения таблеток из КВг; пипетки, колбы, чашки Петри и другая химическая посуда; аналитические весы LB-105, сушильные и вакуум-сушильные шкафы; вазелиновое масло, пленки полистирола, полимерные материалы различного назначения (для строительства, тароупаковочные, для пищевой промышленности и водоснабжения), различные полимеры (полиэтилен, полипропилен, поливинилхлорид, полиметилметакрилат и др.), дистиллированная вода, четыреххлористый углерод, различные по химической природе органические растворители и пластификаторы.

Спиртовые горелки. Набор пикнометров и денсиметров. Стеклянные установки для проведения экстракции резин. Стеклянные установки для перегонки органических растворителей при атмосферном давлении. Колбы Къельдаля. Образцы резин с различными степенями сшивки и составом. Образцы эпоксидных смол.

3. Обработка экспериментальных результатов проводится на персональных компьютерах.